

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-278627

(43)Date of publication of application : 10.10.2001

(51)Int.Cl.

C01G 23/07

B01J 21/06

B01J 35/02

(21)Application number : 2000-098705

(71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 31.03.2000

(72)Inventor : SAWABE YOSHINARI

SAKATANI YOSHIKI

KOIKE HIRONOBU

(54) METHOD OF PRODUCING TITANIUM OXIDE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a simple method of producing titanium oxide which exhibits photocatalytic activity.

SOLUTION: This method comprises firing ammonium salt or its hydrate such as ammonium titanium oxyoxalate((NH₄)₂TiO(C₂O₄)₂) and ammonium titanium sulfate(NH₄)₂SO₄·3Ti₂(SO₄)₃ or titanium chelate compound such as isopropyl tris(N-aminoethyl-aminoethyl) titanate in the presence of molecular oxygen.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-278627

(P2001-278627A)

(43) 公開日 平成13年10月10日 (2001. 10. 10)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 1 G 23/07		C 0 1 G 23/07	4 G 0 4 7
B 0 1 J 21/06		B 0 1 J 21/06	A 4 G 0 6 9
35/02	Z A B	35/02	Z A B J

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願2000-98705 (P2000-98705)

(22) 出願日 平成12年3月31日 (2000. 3. 31)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 沢辺 佳成

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(72) 発明者 酒谷 能彰

愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸化チタンの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 光触媒活性を示す酸化チタンの簡易な製造方法を提供する。

【解決手段】 オキシ硫酸チタンアンモニウム ($(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$)、硫酸チタンアンモニウム ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 3\text{Ti}_2(\text{SO}_4)_3$) 等のアンモニウム塩とその水和物又はイソプロピルトリス (N-アミノエチル-アミノエチル) チタネート等のチタンキレート化合物を分子状酸素存在下で焼成する。

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒素とチタンとを含有する化合物を分子状酸素存在下で焼成することを特徴とする酸化チタンの製造方法。

【請求項2】 窒素とチタンとを含有する化合物がチタンを含むアンモニウム塩である請求項1記載の方法。

【請求項3】 窒素とチタンとを含有する化合物がオキシ蔞酸チタンアンモニウムである請求項2記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は酸化チタンの製造方法に関するものであり、詳しくは光触媒活性を示す酸化チタンの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】光触媒に光を照射すると還元作用を持つ電子と酸化作用を持つ正孔が生成し、有機物等を酸化還元作用により分解することができ、例えば、大気中の NO_x の分解、居住空間や作業空間での悪臭物質やカビなどの分解除去、あるいは水中の有機溶剤や農薬、界面活性剤などの分解除去への適用が検討されている。

【0003】以前は光触媒に活性を発現させるには、紫外線を照射することが必要であると考えられていたが、最近、可視光線を照射することによって触媒活性を示す酸化チタンが発見され、この酸化チタンの製造方法が提案されている。例えば、WO982374号公報には、酸化チタンをマイクロ波低温プラズマ法により処理しその表面に炭化チタンを形成することによって触媒活性を示す酸化チタンを得る方法が記載されている。

【0004】しかし、WO982374号公報に記載された方法では、酸化チタンを処理するためにマイクロ波低温プラズマ発生装置等の真空容器を備えた特定の装置が必要であり、操作が煩雑となる問題があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の目的は、可視光線を照射することによって触媒活性を示す酸化チタンを真空容器を備えた特定の装置を用いることなく簡易に製造する方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は光触媒活性を示す酸化チタンの簡易な製造方法について検討を行った結果、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、本発明は窒素とチタンとを含有する化合物を分子状酸素存在下で焼成することを特徴とする酸化チタンの製造方法を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明に用いられる窒素とチタンとを含有する化合物（以下、チタン含有化合物という。）は、例えば、オキシ蔞酸チタンアンモニウム（ $(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ ）、硫酸チタンアンモニウム（ $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot$

2

$3\text{Ti}_2(\text{SO}_4)_3$ 等のアンモニウム塩とその水和物、又はイソプロピルトリス（N-アミノエチル-アミノエチル）チタネート等のチタンキレート化合物が挙げられる。中でも、オキシ蔞酸チタンアンモニウムを用いることが好ましい。

【0009】本発明では、このチタン含有化合物を原料の主成分として用い、これを分子状酸素存在下で焼成する。焼成温度は300℃以上が好ましく、また500℃未満が適当である。焼成は酸素分子を含む気体中で行えばよく、例えば、チタン含有化合物をルツボに入れ、そのルツボを雰囲気焼成炉内に置き、雰囲気の酸素濃度を調整しながら雰囲気を昇温する方法、チタン含有化合物をそのまま若しくは造粒した後、流通式焼成炉内に層状に置き、酸素濃度を調節し昇温した気体を流通式焼成炉に通じる方法、又はチタン含有化合物をセラミックス製容器に入れ、その容器を電気炉内に置き、酸素を一定濃度含む気体を導入しながら電気炉内を昇温する方法で行えばよい。

【0010】本発明で得られる酸化チタンは通常、粒子状であって結晶構造がアナターゼ型である。この酸化チタンは波長が430nm以上である可視光線の照射によって光触媒活性を示すので、これをそのまま又は成形加工して用いることにより、居住空間や作業空間での悪臭物質やカビなどの分解除去、あるいは水中の有機溶剤や農薬、界面活性剤などの分解除去に適用できる光触媒とすることができる。

【0011】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0012】実施例1

オキシ蔞酸チタンアンモニウム（アルドリッチ製）5.1gをアルミナ製ルツボに入れ、そのルツボを箱型電気炉内に設置した後、空気を導入しながら電気炉内を450℃まで昇温しそのまま1時間保持して焼成した。この時の昇温速度は200℃/時間とした。得られた酸化チタンは粒子状であった。また、この酸化チタンにつき、X線回折装置（商品名：RAD-IIA、理学電機工業製）を用いて、X線管球Cu、管電圧40kV、管電流35mA、発散スリット1度、散乱スリット1度、受光スリット0.30mm、サンプリング幅0.020度、走査速度2.00度/分、測定積算回数1回の条件でX線回折スペクトル測定し、その結晶構造を同定した結果、アナターゼ型であった。

【0013】密閉式のバイレックス（登録商標）製反応容器（直径8cm×高さ10cm、容量約0.5リットル）内に、直径5cmのガラス製シャーレを設置し、そのシャーレ上に、上で得られた酸化チタンを置いた。反応容器内を混合ガス（酸素と窒素との体積比が1：4である。）で満たし、アセトアルデヒドを13.4μmol

(3)

3

封入した後、反応容器の外から可視光線を照射した。可視光線の照射には、500Wキセノンランプ（ウシオ電機製、商品名：オプティカルモジュレックスSX-U1500XQ、ランプUXL-500SX）に、波長約430nm以下の紫外線をカットするフィルター（東芝硝子製、商品名：Y-45）と波長約830nm以上の赤外線のカットするフィルター（ウシオ電機製、商品名：スーパーコールドフィルター）とを装着したものを光源として用いた。可視光線の照射によりアセトアルデヒドが分解すると、二酸化炭素が発生するので二酸化炭素の濃度を光音響マルチガスモニタ（INNOVA製、1312型）で経時的に測定し、濃度変化より算出した二酸化炭素の生成速度により、酸化チタンのアセトアルデヒドに対する光分解作用を評価した。この例における二酸

4

化炭素の生成速度は、酸化チタン1gあたり3.0 μ mol/hであった。

【0014】実施例2

焼成温度を320℃、焼成時間を5時間とした以外は実施例1と同様にして酸化チタンを製造した。得られた酸化チタンは粒子状で、結晶構造がアナターゼ型であった。次いで、実施例1と同様にしてアセトアルデヒドに対する光分解作用を評価した。二酸化炭素の生成速度は酸化チタン1gあたり2.7 μ mol/hであった。

10 【0015】

【発明の効果】以上説明した様に、本発明によれば、波長が430nm以上である可視光線を照射することによって光触媒活性を示す酸化チタンを簡易に製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 小池 宏信
愛媛県新居浜市惣開町5番1号 住友化学
工業株式会社内

Fターム(参考) 4G047 CA02 CB04 CC03 CD03
4G069 AA02 AA08 AA09 BA04A
BA04B BA21C BA48A BC50C
BE17C CA10 CA17 EA02Y
EC22Y FA01 FB40 FC02